

# PATENTSCHRIFT Nr. 9604

KLASSE 12d GRUPPE 1/03 AKTENZEICHEN WP 12d/19319

## Verfahren zur adsorptiven Reinigung von Salzlösungen durch Ionenaustausch

Erfinder  
zugleich  
Inhaber: Dr. MAX WOLF, Berlin-Halensee  
Dr. ILSE LENZ, Berlin

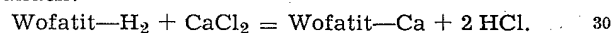
Patentart: Deutsches Wirtschaftspatent

Patentiert in der Deutschen Demokratischen Republik ab 22. Juni 1952

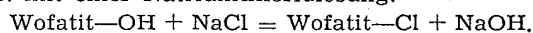
Tag der Ausgabe der Patentschrift: 18. April 1955

Für die Reinigung und Reindarstellung von chemischen Stoffen werden seit langer Zeit Wege gegangen, die auf einer Abscheidung der verunreinigenden Bestandteile durch Adsorption bzw. Ionenaustausch basieren. So wird z. B. natürliches Wasser durch Permutieren von Kalk befreit, so daß es als einwandfreies Betriebsmittel in der Industrie für Dampfkesselfüllungen, aber auch in Wäschereien, Färbereien usw. verwendet werden kann. In neuer Zeit hat man Permutit vielfach durch andere Adsorbentien speziell für Hochreinigungen ersetzt, von denen besonders Wofatit, ein Phenolformaldehyd-Kondensationsprodukt, zu nennen ist. Die Verwendung dieses Produktes stellt insofern einen großen technischen Fortschritt dar, als es nicht nur Kationen, sondern auch Anionen adsorptiv aus Lösungen herauszunehmen gestattet.

Man verfährt dabei folgendermaßen: Ein für Kationen-Austauschadsorption hergestellter Wofatit wird — in einer Säule angeordnet — durch Behandeln mit Säuren, z. B. Salzsäure, mit H-Ionen beladen und dann mit Wasser so lange gewaschen, bis im Waschwasser keine Reaktion von Chlorionen mehr nachweisbar ist. Nunmehr schickt man über die Säule die Lösung eines Salzes, z. B. Calciumchlorid; und kann feststellen, das in der ablaufenden Flüssigkeit kein Calcium mehr vorhanden ist, wohl aber Salzsäure. In der Säule hat also folgende Reaktion stattgefunden:



Ebenso kann man einen mit OH beladenen Wofatit als Anionenaustauscher verwenden und erhält dann z. B. mit einer Natriumchloridlösung:



Häufig liegt nun die Aufgabe vor, aus einer Lösung von Salzen, die einen Anteil in großem Überschuß enthält, den gewissermaßen verunreinigenden kleinen Anteil zu entfernen. Mit chemischen Mitteln ist dies

sehr umständlich, zeitraubend und meist mit größeren Substanzverlusten verbunden.

Gemäß der Erfindung wird nunmehr durch Austausch-adsorption einfach, schnell und sicher die Abtrennung des verunreinigenden Elementes erreicht. Man geht

so vor, daß man die Adsorptionssäule zunächst mit Ionen des Elementes belädt, welches gereinigt werden soll. Entsprechend den Darlegungen wird demgemäß z. B. ein Wofatit-H mit einer Zinksulfatlösung behandelt, so daß Wofatit-Zn entsteht und zugleich ein säurehaltiges Zinksulfat abläuft. Danach schickt man über die Säule die zu reinigende Zinksulfatlösung, die etwa Eisen und Chrom in kleinen Mengen enthalten möge.

Während des Durchgangs der Lösung durch die Säule tauscht nun der Wofatit-Zn die genannten Metalle aus, und zwar derart, daß jeweils Zinkionen in die Lösung gehen, wogegen Eisen- und Chromionen aus der Lösung verschwinden und am Wofatit gebunden werden. Diese Reaktion erfolgt, solange die Wofatit-Zn-Konzentration hoch genug ist. Dann wird der erschöpfte Wofatit regeneriert, d. h. man löst mit Säure die adsorbierten Verunreinigungen vom Wofatit ab — dabei entsteht erneut Wofatit-H —, schickt wieder Zinksulfatlösung durch die Säule, wäscht und beginnt den Reinigungsprozeß von neuem.

#### Beispiel:

Man füllt ein Glasrohr von etwa 70 mm lichter Weite und etwa 620 mm Länge, das unten auf etwa 9 mm Durchmesser verjüngt ist, mit 1,0 l Wofatit-F, der mit 20%iger Salzsäure und danach mit destilliertem Wasser gut ausgewaschen und ausgequollen ist.

Oberhalb und unterhalb der Wofatitsäule ist eine Schicht Glaswolle als Abschluß in das Rohr gestopft und oberhalb der Säule ein Frittefilter (17 G) — die weite Öffnung dem Rohr zugekehrt — mit Hilfe eines Gummischlauches und einer Schelle an dem Rohr befestigt, um die Flüssigkeit möglichst gleichmäßig aufzugeben und die Bildung von Kanälen zu vermeiden.

Das Frittefilter wird durch ein Stück Gummischlauch mit einem Glasrohr verbunden, das zu einer Vorratsflasche führt. Die Höhendifferenz zwischen Wofatitsäule und Vorratsflasche muß so bemessen sein, daß der Druck der dadurch über dem Wofatit stehenden Flüssigkeit dem Widerstand der Wofatitschicht überlegen und ein kontinuierlicher Durchlauf der Lösung gewährleistet ist.

Man läßt nunmehr zur Beladung des sauren Wofatitrohres mit Metallionen etwa 8 l einer 4/n-Zinksulfatlösung durchfließen. Hierbei findet ein Austausch eines Teiles der H-Ionen gegen Zinkionen statt, und das Rohr ist danach arbeitsfähig. Es kann nun zur Reinigung einer Zinksulfatlösung, die, um Hydrolyse zu vermeiden, ganz schwach sauer sein soll, benutzt werden. Bei der angegebenen Rohrgröße können in 24 Stunden etwa 10 l einer 4/n-Zinksulfatlösung gereinigt werden, wobei der Eisengehalt auf etwa  $\frac{1}{200}$  des ursprünglichen absinkt.

Die Durchlaufgeschwindigkeit soll etwa 0,4 bis 0,5 l je Stunde betragen.

#### Patentanspruch:

Verfahren zur adsorptiven Reinigung von Salzlösungen durch Ionenaustausch, dadurch gekennzeichnet, daß man das Adsorbens zunächst mit Ionen des zu reinigenden Elementes belädt und dann die Lösung, welche von den verunreinigenden Ionen befreit werden soll, über das Adsorbens laufen läßt.